

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-91219

⑬ Int.Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)3月30日

D 01 F 8/14
C 08 G 63/688
D 01 F 8/14
D 04 H 1/54

NNK B 6791-4L
C 6904-4J
A 6791-4L
A 7438-4L

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全14頁)

⑮ 発明の名称 耐久親水性の熱融着性複合繊維

⑯ 特 願 昭63-242127

⑰ 出 願 昭63(1988)9月26日

⑱ 発 明 者 河 本 正 夫 岡山県倉敷市酒津1621番地 株式会社クラレ内
⑱ 発 明 者 田 中 和 彦 岡山県倉敷市酒津1621番地 株式会社クラレ内
⑱ 発 明 者 岡 崎 正 樹 大阪府大阪市北区梅田1丁目12番39号 株式会社クラレ内
⑲ 出 願 人 株 式 会 社 ク ラ レ 岡山県倉敷市酒津1621番地
⑳ 代 理 人 弁 理 士 本 多 堅

明 細 書

1. 発明の名称

耐久親水性の熱融着性複合繊維

2. 特許請求の範囲

(1) 高分子量ポリオキシアルキレングリコールを0.2～10.0重量％、スルホン酸アルカリ金属塩誘導体を0.1～5.0重量％それぞれ含有し、酸成分が実質的にテレフタル酸成分とイソフタル酸成分とからなりテレフタル酸成分が70モル％以上であり、グリコール成分は1,6-ヘキサジオールまたは1,4-ブタンジオールが70モル％以上であるポリマー組成からなり、融点が90～200℃、結晶融解熱が2.0 cal/g以上、最短結晶化時間が90秒以内である結晶性ポリエステルを鞘成分とし、融点150℃以上の熱可塑性ポリマーを芯成分とし、該鞘成分と芯成分の比率が20対80～80対20重量％であることを特徴とする耐久親水性の熱融着性複合繊維。

(2) 第1項記載の繊維を10重量％以上含み、

該繊維の鞘成分ポリマーの軟化点以上で融着処理してなる繊維集合体。

(3) 繊維集合体が不織布であることを特徴とする第2項記載の繊維集合体。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、優れた親水性を有する熱接着性複合繊維に関するものであり、しかも該繊維を用いた繊維集合体を製造する際工程トラブルがなく調製に製造を行なうことができる繊維に関するものであり、その目的とするところは、特に工程トラブルがなく、耐久性に優れた親水性を有するポリエステル系熱接着性複合繊維を提供することに関するものである。

(従来技術)

繊維間熱融着により不織布等を製造するための熱接着性繊維は知られている。例えばポリエチレンを接着成分とするポリエチレン-ポリプロピレン複合繊維、共重合ナイロンを接着成分とするポリプロピレンとの複合繊維、あるいはエチレン-

ビニルアルコール共重合体を接着成分とするポリエチレンテレフタレートとの複合繊維等がある。

近年、繊維分野特に不織布分野でポリエチレンテレフタレートを代表するポリエステル繊維の役割が大きくなり、生産効果、省エネルギー等の観点より、熱接着で繊維集合体あるいは繊維製品、特に不織布を製造する要求が大となり、ポリエステル用の接着繊維が強く望まれていた。そこで、ポリエステルの接着相手とする共重合ポリエステル系熱融着性繊維が種々開発されてきたが、ポリエステル繊維を接着させるには、化学構造および溶解度パラメーターの類似性よりポリエステル系ポリマーを接着成分として用いるのが、不織布の接着強度上も、工程通過性上も良く、常識的にも考え得るところである。実際、ポリエステルの接着相手とする溶剤溶解型あるいはホット・メルト型の接着剤としては、多くのガラス転移点の低い軟化性の非晶性共重合ポリエステルが提案されている。

しかるに、ガラス転移点の低い軟化性の非晶性

共重合ポリエステルを接着繊維として用いる場合には、繊維あるいは不織布製造工程で特有の装置、特有の熱履歴を経由するため、つまり、ポリマーの軟化点以上の温度での処理工程の所で、非晶性共重合ポリエステルが軟化融着してしまい、繊維化が不可能な結果となり、通常の接着剤用共重合ポリエステルは全く使用することができない。

例えば、溶融ポリマーを紡糸口金より押し出して繊維状とし、繊維束をケンスに収めるかガビンに巻き取る際、単繊維間あるいは繊維束間での膠着が激しく、紡糸繊維を得ることが困難となる。

さらに続いて、延伸、捲縮および切断等を行なうと、さらに単繊維間の膠着、融着がおきて良好な繊維を得ることができない。特に、生産量を大とするため合計デニール数の大きい繊維束を取り扱う場合には、繊維製造工程での問題点はさらに顕著となる。またたとえ不完全ながら繊維化を行なつたとしても、例えば不織布化する場合、ネップの発生等の問題でカード通過性が不良であつたり、接着処理時に粘着トラブルが統発し、不織布

とすることができない。この紡糸およびそれ以降での繊維化ならびに不織布製造工程で要求される工程性は非常に厳しいものであり、溶融ポリマーを重合槽より取り出して、ベレット状に切断するチップ化工程およびベレットを紡糸機に直結したエクストルーダーに供給する前の乾燥工程をトラブルなく通過したとしても、繊維化あるいは不織布化できるものはほとんどない。

一方、共重合ポリエステルでも、その種類によつては、共重合成分量を小とし、改質度を落せば、つまり、結晶化度が高いレベルを維持し、かつ結晶化速度の速いポリマーは、繊維あるいは不織布製造の工程性は良好となるが、現在商業的に大量生産されているPETあるいはポリブチレンテレフタレート（以下PBTと略記）などのポリエステルとの接着性が小となるのが一般であり、接着繊維として用いることはできない。

一方、得られるポリエステル系不織布に耐久性のある親水性を付与出来るポリエステル系熱融着性繊維に関しては、今だ開発されていない。

特に最近ベビーおむつやおむつライナー、生理用品などの衛生材料分野や外食産業向けのカウンタークロス、台所用品の流し台の水切り袋などの非衛生材料分野や、シブ薬の基布や固定用シート、病院用手術衣、マスク等のメディカル分野などに、不織布が広く使用されてきている。これらの多くの不織布製品の中で特に、ベビーおむつ、生理用品などのものについては、従来のもの以上に耐久性のある親水性能が求められていた。しかるに今迄のものは、油剤等による表面処理の後加工方法によるものがほとんどで、これは初期性能はあつても、ある程度使用した場合に表面油剤が脱落し、性能が極端に低下するものが多かつた。

その中でも、おむつの表面材や生理用パットの表面材の湿式用不織布用途では、製造工程上必ず水中での抄紙工程を経るため、繊維表面への親水化剤のコーティング方法では抄紙時に該親水化剤が脱落してしまい、最終製品では十分な性能が保持されていないものしか得られない。

また木材パルプやレーヨン等の親水性素材を混

抄混綿した場合、熱融着性繊維が疎水性であつては、得られる不織布、あるいはシートの親水性が失なわれてしまうという問題がある。

(発明が解決しようとする問題点)

以上のように本発明は、ポリエステルとの接着性が優れ、かつ繊維および不織布製造等の工程性が良好な繊維であり、しかも得られた乾式不織布及び湿式不織布のいずれに対しても、水洗あるいは温水で洗たく等の後でも親水性が低下しない、親水耐久性の極めて優れた熱融着性繊維を提供することにある。

また本発明の他の目的は、木材パルプやビスコスレーヨンあるいはビニロンのような親水性素材を用いて熱融着性繊維で不織布あるいはシートを得る場合にも、該熱融着性繊維が親水性素材の親水性を阻害することなく、より以上に親水性を発揮させる親水耐久性の優れた熱融着性繊維を提供することにある。

(問題点を解決するための手段)

本発明の熱融着性繊維は、高分子量ポリオキシ

アルキレングリコール及びスルホン酸アルカリ金属塩誘導体を所定量、特定のポリマー組成、かつ特定のポリマー物性を有している結晶性の共重合ポリエステル中へ含有分散せしめ、該結晶性共重合ポリエステルの精成分とし、融点150℃以上の熱可塑性ポリマーを芯成分として、複合繊維とすることを特徴とする耐久親水性を有する熱接着性複合繊維である。

本発明をより具体的に説明すると、本発明で用いる、ポリオキシアルキレングリコールとしては、後述する精成分のバインダーポリエステルとは実質的に反応性を有しないことが必要である。ここで実質的に反応性を有しないとは、バインダーポリエステルと共重合しないことを意味する。ポリオキシアルキレングリコールがバインダーポリエステルと反応すると紡糸性が不良となるので好ましくない。特にバインダーポリエステルの重合度を低下させ紡糸時の熔融粘度が極端に低下することとなり、複合紡糸性が不安定となり断面異常が発生しその結果単糸切れ、断糸が多発してくると

ともに、連続運転が不可能となつてくる。

従つてポリオキシアルキレングリコールとしては、分子量が1000以上好ましくは3000以上が良い。分子量が低すぎるとバインダーポリエステルとの反応性が大きくなり前述の問題点が発生してくるので好ましくない。組成としてはポリオキシエチレングリコール単独ポリマーでもよいし、オキシエチレン単位とオキシプロピレン単位をランダム又はブロック状に共重合したポリマーでもよい。ただし、オキシエチレン単位とオキシプロピレン単位の組成比によつては、水に対して親水性が低下してくる場合があるので、本発明の目的を阻害しない範囲でオキシエチレン単位が主成分である方が好ましい。また、ポリオキシアルキレングリコールとしてはポリオキシエチレングリコールとポリオキシエチレン-ポリオキシプロピレン共重合の混合物を使用してもかまわない。

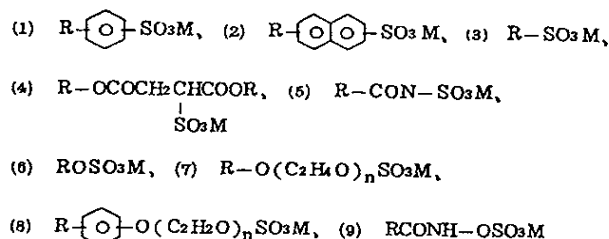
ポリオキシアルキレングリコールの末端は水酸基であつても、非エステル形成性有機基で封鎖されていても、またはエーテル結合、エステル結合、

カーボネート結合等によつて他のエステル形成性有機基と結合していてもよい。末端が非エステル形成性有機基で封鎖されたものにあつては、ポリオキシアルキレングリコールの平均分子量が800~3000程度の低いものでもよい。

ポリオキシアルキレングリコールの精成分のバインダーポリエステルポリマー層の含有量は、0.2重量%から10重量%の範囲が好ましい。0.2重量%未満では目的とする親水性が不十分である。10重量%を越えると紡糸性が不良となり好ましくない。またポリオキシアルキレングリコール中に酸化防止剤を含んでいてもかまわない。特に、芯成分がポリエチレンテレフタレート等の高融点のポリマーを用いる場合、紡糸温度が高くなるためポリオキシアルキレングリコールは酸化分解、熱分解を発生しやすくなるので、これを防ぐためにバインダーフェノール系の酸化防止剤を添加して繊維化することは有効である。

これに対して上記ポリオキシアルキレングリコールと併用されるスルホン酸金属塩の誘導体は、

1 分子内に少なくとも 1 個のスルホン酸金属塩の親水基とアルキル基などの適度な疎水性基を有する界面活性な化合物が好ましい。たとえば下記の構造をもつものが例示されるがむろんこれに限定されるものではない。



ここでMはアルカリ金属を示し、通常、ナトリウム、カリウム、リチウムであり、特にナトリウムが好ましい。Rは炭素数が8以上のアルキル基が好ましい。炭素数7以下のアルキル基の場合は、鞘成分バインダーポリエステルとの相溶性がやや悪くなる。また上記化合物の混合物を用いてもかまわない。

スルホン酸金属塩誘導体の鞘成分バインダーポ

延伸性等の工程性が不良であることがわかった。

次に精成分に用いるバインダーポリエステルについて具体的に説明する。ポリマー組成としては、酸成分が実質的にテレフタル酸 (TA) 成分とイソフタル酸 (IPA) 成分とからなりテレフタル酸成分が 70 モル% 以上であり、グリコール成分は 1,6-ヘキサジオール (HD) または 1,4-ブタンジオール (BD) が 70 モル% 以上であるポリマー組成からなり、融点が 90~200℃ で結晶融解熱 (ΔH_f) が 2 cal/g 以上、最短結晶化時間が 90 秒以内である結晶性共重合ポリエステルであることが好ましい。

本発明の組成に類似した共重合ポリエステルがいわゆる接着剤として用いられることは知られている。しかし、本発明の目的を達するために本発明の組成の共重合ポリエステルで、かつ特定の物性を有するポリマーより繊維あるいは不織布を工程トラブルなく順調に製造し得ることは知られていない。またポリエステル系接着繊維において、繊維あるいは不織布化可能な物性は本発明において明らかにされたものである。また、接着繊維と

リエステル成分への含有量は0.1重量%から5.0重量パーセントであることが好ましい。0.1重量%未満では目的とする親水性が不十分である。また5.0重量パーセントを越えると紡糸時の曳糸性が不良となり、単糸切れ、断糸が多くなり好ましくない。上延伸性も不良となり、延伸倍率が低い。ため糸物性的にも低強度の糸となり好ましくない。

また、ポリオキシアルキレングリコールとスルホン酸金属塩誘導体の存在比率は、スルホン酸金属塩誘導体に対してポリオキシアルキレングリコールの方が多の方が精成分バインダーポリエステルとポリオキシアルキレングリコール及びスルホン酸金属塩誘導体の三者の相溶性が良好でミクロな海島状の安定した分散状態を形成し安定な紡糸ができ好ましい。好ましくは、ポリオキシアルキレングリコールとスルホン酸金属塩誘導体の比率は6対4～7対3の範囲で存在していることが、目的とする親水性能の面からも好ましい。スルホン酸金属塩誘導体の存在比率が多くなると、ポリエステル中での分散状態が不均一となり紡糸性、

して好適な共重合組成および物性は、いわゆる接着剤とは全く異なっている。すなわち接着剤には、一般により低結晶性で、特に非晶性のものが多く使用されている。さらに、接着剤としては、フィルム状での剝離強度の大きいものが用いられるが、本発明者らは、接着剤とは全く異なつた観点より接着機軸を研究し、接着剤とは全く異なる組成、物性の共重合ポリエステルが良好であることを見出したものである。

本発明の共重合ポリエステルは、生成ポリエステルの全酸成分（オキシ酸を含む場合には、その2分の1を酸成分、2分の1をジオール成分とみなす）に対する共重合率（以下、共重合率は全酸成分に対するモル率で示す）として、TAを70モル%以上含むものが用いられる。TAが50モル%以下では、繊維の品質、工程性が良好でなく、またコスト的にも適当でない。経済性から、TAとIPAの成分量は90モル%以上が好ましい。

一方、IPA成分があまり多くなりすぎると、結晶化度が低くなると同時に結晶化速度も極端に

遅くなり、接着繊維を製造する上での工程上のトラブルが頻発してくるため好ましくない。

本発明で明らかになつたポリマー物性（結晶融解熱、最短結晶化時間）を維持するためには、適切なIPA共重合である必要がある。

さらに本発明の共重合ポリエステルは、BDまたはHDが70モル以上、望ましくは75モル以上、さらに好ましくは80モル以上のものが用いられる。70モル以下では物性的に好ましくなく、やはり繊維の品質、工程性が低下し、またコスト的にも適当ではない。IPAを用いることは、経済性からも、重合設備上からも、生産効率上からも非常に好都合であるが、IPAは分子構造が非対称構造であるためにポリマーの結晶性を低下させやすい。このため、目的とする接着繊維を製造するための本発明のポリマー物性、つまり結晶融解熱、最短結晶化時間を維持するためには、IPAの結晶性低下をカバーできるグリコール成分がHDあるいはBDを主成分とする必要がある。

は上記の組成条件をすべて満足することが必要であるが、さらに商業的生産レベルでの繊維および不織布製造工程安定性および接着繊維、不織布としての品質を確保するためには、以下の物性も適切でなければならない。

すなわち、本発明の共重合ポリエステルは、融点が90～200℃、望ましくは90～185℃、さらに好ましくは100～170℃のものが用いられる。90℃未満では、繊維または不織布の耐熱性等が不足であり、実用性能が不良である。一方、200℃を越えては、接着に高温を要し、従来の装置が使用不可能であつたり、あるいは高温処理装置を使用したとしても成形物が変形したり、風合が悪化し、またエネルギーの損失が多いので好ましくない。

また本発明の共重合ポリエステルは、結晶融解熱(ΔH_u)が2.0 cal/g以上、望ましくは2.5 cal/g以上、さらに好ましくは3.0 cal/g以上のものが用いられる。2.0 cal/g未満では繊維製造時に膠着が起り易く好ましくない。 ΔH_u の測定は、溶融ポリ

また本発明の共重合ポリエステルは、EG, BGおよびHDを除く脂肪族および/または脂環族共重合成分を20モル以下である方が好ましく、0モルでもかまわない。20モル以上では、工程性が低下する傾向があり、高度の工程安定性確保の点より好ましくない。

EG, BDおよびHD以外の脂肪族および/または脂環族共重合成分は、融点あるいは硬さは低下させるが、結晶性低下になるべく小なるものが好ましく、嵩高な側鎖を有しない対称性のものが望ましいが、共重合量、目的とする物性によつては、必ずしもこれに限定されるものではない。

その具体的例としては、アジピン酸、セバチン酸、ヒドロキシ酢酸、トリメチレングリコール、ペンタメチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、シクロヘキサジメタノールおよびプロピレングリコール、ネオペンチルグリコール等がある。

本発明の繊維に用いられる共重合ポリエステル

マーより微細な繊維状または薄膜フィルム小片として取り出して冷却し、3日以上室温で放置した試料を差動走査熱量計(DSC)にかけ、空室中10℃/分の速度で昇温し、融解時の吸熱ピークの面積より求めて行なう。

さらに、本発明の共重合ポリエステルは、最短結晶化時間(CTmin)が90秒以内、望ましくは70秒以内、さらに好ましくは50秒以内のものが用いられる。90秒を越えては繊維製造時に膠着が起り好ましくない。

CTminとは、溶融状態より所定温度のシリコン浴または水浴中に投入した、実質的に無配向のフィルム微小片を該浴中で放置し、白化を開始する時間を結晶化開始時間とし、0～120℃の温度範囲での結晶化開始時間が最も短い温度での結晶化開始時間である。CTminを求めるには、浴中に投入せず、空気中で放置してもよいが、浴中の方が熱交換速度が大であり、冷却過程の影響を小とできるので好ましく、本発明では、浴中での値を採用する。CTminを求めるには、温度を変えてCTmin

そのものを測定することは必ずしも必要でなく、 $0 \sim 120^\circ\text{C}$ の範囲のある温度での結晶化時間が90秒以内であることが十分条件である。CTminを示す温度は 0°C 近くの場合もあり、また 120°C 近くのこともある。実際の繊維製造工程での結晶化時間は温度履歴等により異なるが、CTminを示す温度に設定すると工程での結晶化速度が速くなることは当然である。また、紡糸時のごとく繊維に配向がかゝると結晶化速度が大となる場合があるが、本発明に定義するCTminをもつて工程性と関連した尺度とすることができる。

鞘ポリマーとなる共重合ポリエステル二次転移点が室温より低い場合は、結晶化速度ができるだけ速い方がよい。紡糸時に捲き取るまでに配向結晶化が進んでいなければ、単繊維間の膠着等のトラブルが発生し好ましくない。

本発明は、適切なポリマー組成の適切なポリマー物性を有した結晶性共重合ポリエステル中に適切な親水化剤を含有せしめることにより初めて、耐久親水性を有す熱融着性繊維が可能になつた。

には、複合繊維構造とすることがベストであることがわかつた。

他の複合紡糸成分としては融点 150°C 以上の熱可塑性ポリマーが用いられ、その例としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ナイロン-6、ナイロン6,6、ポリプロピレン等がある。接着繊維として十分な目的を達成させるためには、複合繊維断面の全周長に対するポリアルキレンエーテル及びスルホン酸金属塩誘導体含有共重合ポリエステル成分の占める割合、すなわち繊維断面周率は50%以上が好ましい。この際、接着繊維の形態安定性を重視する場合には他の複合紡糸成分は接着処理温度より融点が高い熱可塑性ポリマーを使用する必要があることは言うまでもない事である。

本発明の芯鞘型複合繊維の複合する形態として断面形状の具体的な例を図で説明すると、第1図の如き完全芯鞘型複合繊維、第2、3、5図の如き芯成分が異形状の芯鞘型複合繊維、第4図の如き多芯鞘型複合繊維、第6図の如き偏心芯鞘型

本発明の共重合ポリエステル中には、少量の添加剤、たとえば、酸化防止剤、螢光増白剤、安定剤あるいは紫外線吸収剤などを含んでいてもよい。

また、本発明の共重合ポリエステルは、本発明で限定した組成条件を満足する範囲内で、他の共重合成分を含んでいてもよい。

本発明の共重合ポリエステルよりなる繊維および該繊維よりつくられる繊維集合体、不織布は、それに最も適した固有の機械、装置を用いて製造するのが好ましいが、従来使用されてきた機械・装置をあまり変えずに製造することができる。また従来の機械・装置が使用可能であるように繊維を特定化した点も本発明の大きな意義の一つである。

本発明の繊維は、ポリオキシアルキレングリコールとスルホン酸アルカリ金属塩誘導体を含有した上記共重合ポリエステルを鞘成分として、他の溶融紡糸可能なポリマーを芯成分とした複合繊維として用いる。熱接着性かつ耐久親水性不織布としての目的と良好な繊維工程性を維持させるため

複合繊維、第7、10図の如き異形断面芯鞘複合繊維、第8図の如き貼合せ型複合繊維、第9図の如き多層型貼り合せ複合繊維、第11図の如き多層型貼り合せの変形タイプの複合繊維等も含まれる。第1図～第11図中の(1)成分はポリオキシアルキレングリコールおよびスルホン酸金属塩誘導体含有共重合ポリエステルであり、(2)成分は融点 150°C 以上の熱可塑性ポリマーである。繊維断面周長の約50%以上を(1)成分ポリマーで占めることが望ましい。50%未満では本発明の目的の良好な耐久親水性と熱接着性繊維が得られにくいので好ましくない。鞘成分と芯成分の複合比率は80対20～20対80重量%の範囲にする必要がある。鞘成分が20重量%未満になると、本発明の目的とする良好な親水性と良好な熱接着性が不十分となつてくるため好ましくない。また、80重量%を越えると、繊維物性、特に糸強度が低下してくるため好ましくない。

本発明の繊維はポリオキシアルキレングリコール及びスルホン酸金属塩誘導体含有共重合ポリエ

ステルと他ポリマーとの複合繊維のみよりなる融着処理繊維集合体としても用いられるが、該繊維を10重量%以上含む他繊維との混合融着処理繊維集合体としても用いられる。

繊維集合体として特に20～100mmに切断したものは乾式用不織布バインダーとして、又3～10mmに切断したものは湿式用不織布バインダーとして好適であり、強度が大きく、耐久親水性を有しかつ耐湿熱性のある不織布を得ることができる。なかでも混合繊維として、ポリエチレンテレフタレートあるいはポリブチレンテレフタレートのごときテレフタル酸を成分として含むポリエステルの場合には、接着繊維間のみならずテレフタル酸系ポリエステルとの間の接着も良好であり、強度の大きい不織布とすることができる。従来テレフタル酸系ポリエステルに接着する繊維がなく、良好なポリエステル系不織布の製造を可能とし、なおかつコスト的に低コストで製造を可能とした点で本発明の意義は大である。

また混合繊維として、木材パルプやレーヨンあ

るいはビニロン等の如き親水性素材を用いた場合には、その親水性を阻害しないばかりかより積極的に発揮させることが出来る。

本発明でいう融着処理繊維集合体は種々の用途に対する広い種類の不織布に有用であるが、特に湿式不織布用に顕著な効果を発揮することが非常に大きな特徴である。具体的な用途としては、例えば、親水性を必要とする衛生材用途などが好適である。

本発明で言う耐久親水性の評価は、次のように水透過性と水通過性の二つの方法により実施した。水透過性は、所定条件で作成した評価用紙を第12図に示す如く、ビューレット中から水を1滴滴下し、紙上に落下した水滴が吸収され光を当てた時の光沢がなくなつた時間を肉眼で判定した。

また、水通過性については、第13図に示す如くコントリントバルブ上に測定する評価用紙を乗せ、同様の方法によりビューレット中から水滴を1滴滴下し、紙上に落下した水滴の集合状態がなくなるまでの時間を肉眼で測定した。水透過

性と水通過性の二つの方法で目付20～80g/m²までの紙を評価した。

耐久性については、試験紙をJIS L0217-103法に従つて洗たくを10回くりかえし、10回後の水透過性測定及び水通過性測定を行なつて性能を評価した。

また実施例中の固有粘度(η)とは、共重合ポリエステルをフェノールとテトラクロロエタンの等重量混合溶剤中、30℃で測定した極限粘度($d\eta$)である。

また共重合ポリエステルの融点(m.p)は微量融点測定装置により熱板上の試料の偏光が消失する点、または流動点を求めたものである。

次に本発明を実施例により説明するが、これによつて本発明はなんら限定されるものではない。
実施例1

重縮合反応装置を用い常法により260℃で重縮合反応を行ない、TA90モル、IPA10モル、1,6ヘキサンジオール100モルよりなる共重合ポリエステルの製造し、重合末期に重合度11000

のポリエチレングリコールとドデシルベンゼンスルホン酸ソーダを2/1に混合したものを共重合ポリエステル中に混合物で3重量%となるよう、すなわちポリエチレングリコール2重量%、ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ1重量%となるよう添加し、重合器中で混合攪拌した。その後重合器底部よりシート状に水中に押し出し、シート・カッターを用いて切断しベレット化した。押し出し、切断調子は良好であり、良好な形状のベレットを得た。添加剤を含有させない共重合ポリエステルの物性は、 $[\eta]$ 0.90、m.p 133～135℃、 ΔH 約8.0 cal/g、90℃での結晶化時間約10秒であつた。得られたベレットを真空乾燥器中100℃で乾燥した。

ついで、該共重合ポリエステルの鞘とし、 $[\eta]$ 0.67のポリエチレンテレフタレートを芯として、芯/鞘=50/50重量比で第1図の断面の芯鞘複合紡糸を行なつた。紡糸ヘッド温度290℃で押し出し600m/分で巻取つた。巻取つた繊維は単繊維間および繊維束間での膠着はほとんどなく、

長時間安定に紡糸を行なうことができた。押出機中での精成分のペレット移送性は良好で問題なかった。この紡糸原糸を水浴中70℃で4.2倍に延伸し、続いて水浴中95℃で8%収縮させ、繊度2.0 dr、強度3.5 g/d、伸度43%の繊維を得た。延伸工程での単糸間の膠着などのトラブルはなかった。

得られた該延伸糸を繊維長5mmにカットしたものの70重量部とポリエチレンテレフタレート繊維(2dr×5mm)30重量部を混合した後、角型タイプ抄紙機で混抄し繊維紙を作成した。その後ヤンキードライヤー型のフェロ板熱円筒上で140℃、1分間乾燥し、接着して坪量20g/㎡、40g/㎡、80g/㎡の手抄き紙をそれぞれ作製した。いずれの場合も粘着のトラブルなどなく容易に抄紙することができ、かつ実用に耐えうるだけの十分な強力を保持していた。

つづいて親水性の評価を実施したところ、水透過性、水通過性は表1に示す結果となり、比較例1と比較して初期性能のみならずすばらしい耐久

親水性を有していることがわかった。

比較例1

実施例1とは親水化剤を含有しない点のみが異なる共重合ポリエステルを製造した。

ついで、該共重合ポリエステルを鞘とし、 $[\eta]$ 0.67のポリエチレンテレフタレート芯として、芯/鞘=50/50重量比で第1図の断面の芯鞘複合紡糸を行なった。紡糸ヘッド温度290℃で押し出し600m/分で巻取った。得られた紡糸原糸を実施例1と同様の方法により延伸し、その後同様の条件で試験紙を作成した。

つづいて親水性の評価を実施したところ、表1に示す結果が得られ不十分であった。

以下余白

表 1

	坪量 g/㎡	初 期		洗 たく 後	
		水透過性	水通過性	水透過性	水通過性
実施例1 (1)	20	22秒	2~3秒	32秒	3~4秒
(2)	40	13	#	15	#
(3)	80	2	#	3	#
比較例1 (1)	20	700秒以上	700秒以上	700秒以上	700秒以上
(2)	40	#	#	#	#
(3)	80	#	#	#	#

注) 洗たくは、JIS L0217-103法に従って実施。液温40℃の水1Lに2gの割合で衣料用合成洗剤を添加溶解し、洗たく液とする。この洗たく液に浴比が1対30になるように試料及び必要に応じて負荷布を投入して運転を開始する。5分間処理した後、運転を止め、試料及び負荷布を脱水機で脱水し、次に洗たく液を常温の新しい水に替えて同一の浴比で2分間すすぎ洗いをした後脱水し、再び2分間すすぎ洗いを行い風乾させる。以上の操作を10回くりか

えし10回後の測定サンプルとした。

実施例2~12

実施例1と同一のポリマー組成の共重合ポリエステルを用い、表2に掲げる条件でテストを実施し、結果を示した。実施例2、3は親水化剤の添加量を変更した。実施例4、5は芯鞘複合比を変更してテストした。実施例6、7は抄紙条件、即ち、混抄繊維のポリエチレンテレフタレート繊維の混抄率を変更して実施した。実施例8~10は繊維断面形状を変更してテストした。実施例11は芯成分ポリマーにポリブチレンテレフタレートを用い、実施例12はナイロン6を用いて実施した。いずれも繊維化工程性良好で、かつ試験紙の強力を目安である裂断長も大きく、しかも親水性も洗たく10回処理後でも良好なレベルが維持されていることがわかった。

実施例13

重縮合反応装置を用い常法により260℃で重縮合反応を行ない、TA90モル、IPA10モル、1,6-ヘキサジオール100モルよりなる共重合

ポリエステルを製造し、重合末期に平均分子量15000のエチレンオキシドとプロピレンオキシドが75対25重量%のランダム共重合体である、ポリアルキレンエーテルを2重量%、ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダを1重量%、ヒンダートフェノール系酸化防止剤0.1重量%となるよう添加し、重合器中で混合攪拌した。その後、重合器底部よりシート状に水中に押し出し、シート・カッターを用いて切断しベレット化した。押し出し、切断調子は良好であり、良好な形状のベレットを得た。その後、実施例1と全く同様の方法により試験紙を作成した。紙強度は十分な裂断長を有し、かつ親水性も良好な結果が得られた。

実施例14

重縮合反応装置を用い常法により260℃で重縮合反応を行ない、TA90モル、IPA10モル、1,6ヘキサンジオール100モルよりなる共重合ポリエステルの製造し、重合末期に重合度11000のポリエチレングリコールと炭素数がC₁₂~C₁₅のアルキルスルホン酸ソーダを2/1に混合したもの

重量%となるよう添加し、重合器中で混合攪拌した。その後、重合器底部よりシート状に水中に押し出し、シート・カッターを用いて切断しベレット化した。押し出し、切断調子は良好であり、良好な形状のベレットを得た。

実施例16は、実施例1と同様の方法によりTA83モル、IPA17モル、EG25モル、1,4ブタンジオール75モルよりなる共重合ポリエステルの製造し、その後、同様の親水化剤を同一添加量加えた。ベレット化は問題なく、良好な形状のベレットを得た。

実施例17は、TA100モル、1,6ヘキサンジオール90モル、ジエチレングリコール10モルのポリマーを作成し、その後同様の親水化剤を用い、同添加量加えてベレットを作成した。その後、実施例1と全く同様の方法により試験紙を作成した。紙強度は十分な裂断長を有し、かつ親水性も良好な結果が得られた。

実施例18は、TA90モル、セバシン酸10モル、1,6ヘキサンジオール100モルのポリマ

を、共重合ポリエステル中に混合物で3重量%となるよう、すなわちポリエチレングリコール2重量%、アルキルスルホン酸ソーダ1重量%となるよう添加し、重合器中で混合攪拌した。その後、重合器底部よりシート状に水中に押し出し、シート・カッターを用いて切断しベレット化した。押し出し、切断調子は良好であり、良好な形状のベレットを得た。その後、実施例1と同様の方法により試験紙を作成した。紙強度は十分な裂断長を有し、かつ親水性も良好な結果が得られた。

実施例15~19

実施例15は重縮合反応装置を用い常法により280℃で重縮合反応を行ない、TA70モル、IPA30モル、1,4ブタンジオール100モルよりなる共重合ポリエステルの製造し、重合末期に重合度11000のポリエチレングリコールとドデシルベンゼンスルホン酸ソーダを2/1に混合したものを、共重合ポリエステル中に混合物で3重量%となるよう、すなわちポリエチレングリコール2重量%、ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ1

ーを作成し、その後同様の親水化剤を用い、同添加量加えてベレットを作成した。その後、実施例1と全く同様の方法により試験紙を作成した。紙強度は十分な裂断長を有し、かつ親水性も良好な結果が得られた。

実施例19は、TA100モル、1,4ブタンジオール20モル、1,6ヘキサンジオール80モルのポリマーを作成し、その後同様の親水化剤を用い、同添加量加えてベレットを作成した。その後、実施例1と全く同様の方法により試験紙を作成した。紙強度は十分な裂断長を有し、かつ親水性も良好な結果が得られた。

〔比較例2〕

重縮合反応装置を用い常法により260℃で重縮合反応を行ない、TA90モル、IPA10モル、1,6ヘキサンジオール100モルよりなる共重合ポリエステルの製造し、重合末期に重合度11000のポリエチレングリコールとドデシルベンゼンスルホン酸ソーダを2/1に混合したものを、共重合ポリエステル中に混合物で0.15重量%と

なるよう、すなわちポリエチレングリコール0.1重量%、ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ0.05重量%となるよう添加し、重合器中で混合攪拌した。その後、重合器底部よりシート状に水中に押し出し、シート・カッターを用いて切断しベレット化した。押し出し、切断調子は良好であり、良好な形状のベレットを得た。得られたベレットを真空乾燥器中100℃で乾燥した。

ついで、該共重合ポリエステルを鞘とし、 $[\eta]$ 0.67のポリエチレンテレフタレート(PT)を芯として、芯/鞘=50/50重量比で第1図の断面の芯鞘複合紡糸を行なった。紡糸ヘッド温度290℃で押し出し600m/分で巻取った。巻取った繊維は単繊維間および繊維束間での膠着は全くなく長時間、安定に紡糸を行なうことができた。押出機中での鞘成分のベレット移送性は良好で問題なかった。

この紡糸原糸を水浴中70℃で4.2倍に延伸し、続いて水浴中95℃で8%収縮させ、繊維度2.0d、強度3.5g/d、伸度43%の繊維を得た。

得られた該延伸糸を繊維長5mmにカットしたも

重合器底部よりシート状に水中に押し出し、シート・カッターを用いて切断しベレット化した。押し出し、切断調子は不良であり、ベレット間の膠着がかなり認められた。

該共重合ポリエステルを鞘とし、 $[\eta]$ 0.67のポリエチレンテレフタレート(PT)を芯として、芯/鞘=50/50重量比で第1図の断面の芯鞘複合紡糸を行なったところ、鞘成分の粘度低下が激しく、安定な複合紡糸を行なうことができなかった。

比較例4

実施例1と同一の方法により重縮合反応装置を用い常法により260℃で重縮合反応を行ない、TA90モル、IPA10モル、1,6-ヘキサジオール100モルよりなる共重合ポリエステルを製造し、重合末期に重合度11000のポリエチレングリコールとドデシルベンゼンスルホン酸ソーダを2/1に混合したものを、共重合ポリエステル中に混合物で3重量%となるよう、すなわちポリエチレングリコール2重量%、ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ1重量%となるよう添加し、

の70重量部とポリエチレンテレフタレート繊維(2dr×5mm)30重量部を混合した後、角型タビ一抄紙機で混抄し繊維紙を作成した。その後ヤンキードライヤー型のフェロ板熱円筒上で120℃、1分間乾燥し、接着して坪量20g/m²、40g/m²、80g/m²の手抄き紙を作製した。いずれの場合も粘着のトラブルなどなく容易に抄紙することができ、かつ実用に耐えうるだけの十分な強度を保持していたが、親水性能が不十分であった。

比較例3

重縮合反応装置を用い常法により260℃で重縮合反応を行ない、TA90モル、IPA10モル、1,6-ヘキサジオール100モルよりなる共重合ポリエステルを製造し、重合末期に重合度11000のポリエチレングリコールとドデシルベンゼンスルホン酸ソーダを2/1に混合したものを共重合ポリエステル中に混合物で22.5重量%となるよう、すなわちポリエチレングリコール15重量%、ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ7.5重量%となるよう添加し、重合器中で混合攪拌した。その後、

重合器中で混合攪拌した。その後、重合器底部よりシート状に水中に押し出し、シート・カッターを用いて切断しベレット化した。

ついで、該共重合ポリエステルを鞘とし、 $[\eta]$ 0.67のポリエチレンテレフタレート(PT)を芯として、芯/鞘=10/90重量比で第1図の断面の芯鞘複合紡糸を行なった。複合比率が不安定で単糸切れ、断糸が頻発し、評価試料が得られなかった。

比較例5

実施例1と同様の方法により共重合ポリエステルを得、その後複合比率を芯/鞘=90/10重量比に変更した以外は実施例1と同様の方法により繊維化し、試験紙を作成した。紙強度も親水性能も不十分なものであった。

[比較例6, 7]

それぞれ第2表記載の共重合ポリエステルを鞘とし、実施例1と同様にして芯・鞘複合紡糸を行なったが、いずれも単繊維間に膠着が認められ、繊維束間にも膠着が発生した。そのため、評価できるような良好な紙が得られなかった。

比較例 8

常法により重縮合反応を行ない、TA82モル、IPA18モル、EG100モルよりなり、 $[\eta]$ 0.76、 ΔH 1.0 cal/g、の共重合ポリエステルを製造し、実施例1と同様の親水化剤を同量添加し、その後ペレットを得た。このペレットを実施例1と同じ方法により紡糸し紡糸原子を得た。ついで延伸、収縮を行ない、織度2.0 dr、強度4.5 g/dr、伸度30%の繊維を得た。工程性は良好で特にトラブルはなく、また単繊維間および繊維束間での膠着は認められなかつた。

しかしながら実施例1と同様にして試験紙を作成したところ、親水性能はまあまあ良好であつたが裂断長が0.1 kmと非常に強力の低いものであつた。

実施例 20、比較例 9

実施例1と同様の方法により、ポリエチレングリコール2重量%、ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ1重量%を含有する共重合ポリエステルを製造し、該共重合ポリエステルの粘、 $[\eta]$ 0.67

のポリエチレングリコートを芯として、芯/粘重量比50/50のポリエステルバインダー繊維をつくり、この織度2.0 dr、繊維長5 mmのカットファイバーを得た。該カットファイバー70重量部と親水性レイヨン(PB1505)織度1.5 dr、繊維長5 mmのカットファイバー30重量部を混合した後、角型タビー抄紙機で混抄し、繊維紙を作成した。その後、ヤンキードライヤー型のフエロ板熱円筒上で120℃、1分間乾燥し、接着して坪量20 g/m²、40 g/m²、80 g/m²の手抄き紙を作製した。いずれの場合も粘着のトラブルなどなく、容易に抄紙することができ、かつ実用に耐えうるだけの十分な強度を保持していた。

また比較例として、上記バインダー繊維で上記親水化剤ポリエチレングリコールとドデシルベンゼンスルホン酸ソーダを含有しない点のみが異なるバインダー繊維を製造し、上記実施例と同じく親水化レイヨンと混抄して試験紙を得た。

この両者の紙の親水性の評価を実施したところ、水浸透性、水通過性は表3に示す結果となり、本

願実施例の場合、初期性能のみならずすばらしい耐久親水性を有していることがわかる。

またこの比較例8から、バインダー繊維と混抄する繊維が親水性繊維であつても、バインダー繊維が親水性でない場合には、得られる紙の親水性は初期性能から悪いことが示される。

表 3

	坪量 g/m ²	初 期		洗 たく 後	
		水浸透性	水通過性	水浸透性	水通過性
実施例 1	(1) 20	15~20秒	1秒以下	25~30秒	1秒以下
	(2) 40	8~13	"	8~13	"
	(3) 80	1秒以下	"	1~2	"
比較例 1	(1) 20	220~270	220~270	400秒以上	400秒以上
	(2) 40	160~180	160~180	"	"
	(3) 80	110~130	110~130	250~300	250~300

第 2 表 (1)

糖 成 分 共 重 合 ポ リ エ ス テ ル									
	ポ リ マ ー 組 成					m.p (℃)	ΔH (cal/g)	結 晶 化 速 度	
	TA	IPA	HD	BD	EG			温 度 (℃)	時 間 (秒)
実施例2	90	10	100			B3~135	8.0	90	10
# 3	#	#	#			#	#	#	#
# 4	#	#	#			#	#	#	#
# 5	#	#	#			#	#	#	#
# 6	#	#	#			#	#	#	#
# 7	#	#	#			#	#	#	#
# 8	#	#	#			#	#	#	#
# 9	#	#	#			#	#	#	#
# 10	#	#	#			#	#	#	#
# 11	#	#	#			#	#	#	#
# 12	#	#	#			#	#	#	#
# 13	#	#	#			#	#	#	#
# 14	#	#	#			#	#	#	#
# 15	70	30		100		171~181	6.1	90	23
# 16	83	17		75	25	167~171	3.7	90	50
# 17	100		90			ジエチレン グリコール	10 130~134	8.5	90 10
# 18	90		100			セバシン酸	10 132~135	8.5	50 5
# 19	100		80	20			128~130	7.5	50 5
比較例2	90	10	100				133~135	8.0	90 10
# 3	#	#	#			#	#	#	#
# 4	#	#	#			#	#	#	#
# 5	#	#	#			#	#	#	#
# 6	80	20		65		シクロヘキサン ジメチール ジエチレン グリコール	30 133~138 5	-	- -
# 7	70	30		65	35		141~146	2.5	0~120 90以上
# 8	82	18		100			206~209	1.0	# #

第 2 表 (2)

	親 水 化 剤		複 合 材 糸	複合比 糸/芯	
	ポリアルキレン エーテル	スルホン酸金属 塩酸塩			
実施例 2	ポリエチレングリコー ル 4%	ドデシルベンゼンスル ホン酸ソーダ 2%	ポリエチレン テレフタレート	第 1 図	50/50
# 3	1.0%	0.5%	#	#	#
# 4	2.0%	1.0%	#	#	70/30
# 5	#	#	#	#	30/70
# 6	#	#	#	#	50/50
# 7	#	#	#	#	#
# 8	#	#	#	第 4 図	#
# 9	#	#	#	第 9 図	#
# 10	#	#	#	第 11 図	#
# 11	#	#	ポリブチレン テレフタレート	第 1 図	#
# 12	#	#	ナイロン 6	#	#
# 13	ポリエチレンオキシド ポリプロピレンオキシ ド共重合体 2%	#	ポリエチレン テレフタレート	#	#
# 14	ポリエチレングリコー ル 2%	アルキルスルホン酸ソ ーダ 1%	#	#	#
# 15	#	#	#	#	#
# 16	#	#	#	#	#
# 17	#	#	#	#	#
# 18	#	#	#	#	#
# 19	#	#	#	#	#
比較例 2	ポリエチレングリコー ル 0.1%	ドデシルベンゼンスル ホン酸ソーダ 0.05%	ポリエチレン テレフタレート	第 1 図	50/50
# 3	# 15.0%	# 7.5%	#	#	#
# 4	# 2.0%	# 1.0%	#	#	90/10
# 5	#	#	#	#	10/90
# 6	#	#	#	#	50/50
# 7	#	#	#	#	#
# 8	#	#	#	#	#

第 2 表 (9)

	繊維化 工程性	紙 混抄繊維 混抄率	紙強力 紙断長 (μ m)	紙 目付 g/m^2	親水性評価		
					水透過性		水通過性
					初期	洗濯後	
実施例2	○	ポリエチレン テトラフタレート	3.7	40	7秒	7秒	2秒
# 3	#	#	4.0	#	15	18	7 10
# 4	#	#	3.8	#	9	11	3 3
# 5	#	#	3.2	#	15	17	4 4
# 6	#	#	2.6	#	22	25	6 6
# 7	#	#	2.1	#	25	35	9 10
# 8	#	#	3.5	#	11	12	4 4
# 9	#	#	3.6	#	11	12	4 4
# 10	#	#	3.5	#	11	12	5 5
# 11	#	#	3.5	#	12	12	3 3
# 12	#	#	3.5	#	12	12	3 3
# 13	#	#	3.7	#	15	20	4 7
# 14	#	#	3.7	#	15	15	4 5
# 15	#	#	3.0	#	14	15	4 5
# 16	#	#	3.2	#	14	15	4 5
# 17	#	#	3.5	#	13	15	3 4
# 18	#	#	3.5	#	13	15	3 4
# 19	#	#	3.5	#	13	14	3 4
比較例2	○	ポリエチレン テトラフタレート	3.7	40	150秒	400秒	150秒 400秒
# 3	×	-	-	-	-	-	-
# 4	×	-	-	-	-	-	-
# 5	○	#	0.3	40	200秒	500秒	200秒 600秒
# 6	×	-	-	-	-	-	-
# 7	×	-	-	-	-	-	-
# 8	○	#	0.1	40	30	35	5 5

(発明の効果)

以上本発明は、特定のポリマー組成及びポリマー物性を有した結晶性共重合ポリエステルを用い、しかも該結晶性共重合ポリエステル中へ特定の親水化剤を含有せしめることにより、耐久性のある良好な親水性と、殊に、ポリエステル繊維に対して良好な熱融着を有する耐久親水性熱融着性複合繊維及び該複合繊維を一部又は全部使用した不織布を工程性のトラブルなく提供することにある。

4. 図面の簡単な説明

第1図～第11図は本発明の熱融着性複合繊維の複合形態のモデル図である。第12図、第13図は、それぞれ水透過性および水通過性の評価方法を実施する概略説明図である。

特許出願人 株式会社 クラレ

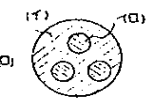
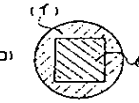
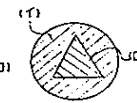
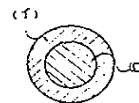
代理人 弁理士 本多 堅

第1図

第2図

第3図

第4図

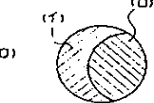
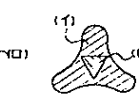
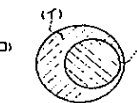
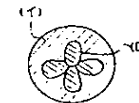


第5図

第6図

第7図

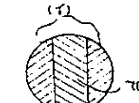
第8図



第9図

第10図

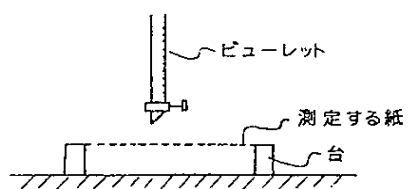
第11図



(1): ポリアルキレンエーテルおよびスルホン酸金属塩誘導体含有共重合ポリエステル

(2): 融点150°C以上熱可塑性ポリマー

第 12 図



第 13 図

